

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005887

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-103686  
Filing date: 31 March 2004 (31.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 20 May 2005 (20.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 3 1 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 1 0 3 6 8 6

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号

The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

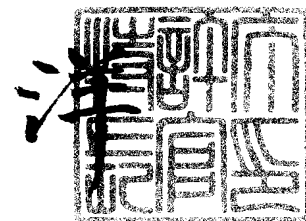
J P 2 0 0 4 - 1 0 3 6 8 6

出 願 人  
Applicant(s): 住友電気工業株式会社

2 0 0 5 年 4 月 2 7 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】	特許願
【整理番号】	1040634
【提出日】	平成16年 3月31日
【あて先】	特許庁長官殿
【国際特許分類】	B22F 3/00
【発明者】	
【住所又は居所】	兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
【氏名】	前田 徹
【発明者】	
【住所又は居所】	兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
【氏名】	五十嵐 直人
【発明者】	
【住所又は居所】	兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
【氏名】	廣瀬 和弘
【発明者】	
【住所又は居所】	兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
【氏名】	豊田 晴久
【特許出願人】	
【識別番号】	000002130
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
【氏名又は名称】	住友電気工業株式会社
【代理人】	
【識別番号】	100064746
【弁理士】	
【氏名又は名称】	深見 久郎
【選任した代理人】	
【識別番号】	100085132
【弁理士】	
【氏名又は名称】	森田 俊雄
【選任した代理人】	
【識別番号】	100083703
【弁理士】	
【氏名又は名称】	仲村 義平
【選任した代理人】	
【識別番号】	100096781
【弁理士】	
【氏名又は名称】	堀井 豊
【選任した代理人】	
【識別番号】	100098316
【弁理士】	
【氏名又は名称】	野田 久登
【選任した代理人】	
【識別番号】	100109162
【弁理士】	
【氏名又は名称】	酒井 將行

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008693

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 特許請求の範囲 1

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9908053

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

互いに接合された複数の軟磁性粒子と、

前記複数の軟磁性粒子に対して 0 を超え 0.05 質量%未満の割合で、前記複数の軟磁性粒子の各々の間に介在し、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤とを備える、圧粉磁心。

【請求項 2】

前記無機潤滑剤は、窒化ホウ素、二硫化モリブデンおよび二硫化タングステンからなる群より選ばれた少なくとも一種を含む、請求項 1 に記載の圧粉磁心。

【請求項 3】

前記複数の軟磁性粒子の各々は、金属磁性粒子と、前記金属磁性粒子の表面を取り囲む絶縁被膜とを含む、請求項 1 または 2 に記載の圧粉磁心。

【請求項 4】

前記無機潤滑剤の割合が、前記複数の軟磁性粒子に対して 0.0005 質量%以上 0.01 質量%以下である、請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の圧粉磁心。

【請求項 5】

前記複数の軟磁性粒子に対して 0.001 質量%以上 0.1 質量%以下の割合で、前記複数の軟磁性粒子の各々の間に介在する熱可塑性樹脂をさらに備える、請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の圧粉磁心。

【請求項 6】

充填率が 95%以上である、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の圧粉磁心。

【請求項 7】

請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の圧粉磁心の作製に用いられる軟磁性材料であって、前記複数の軟磁性粒子と前記無機潤滑剤とを含む混合体を備える、軟磁性材料。

【請求項 8】

請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の圧粉磁心の製造方法であって、

前記複数の軟磁性粒子と前記無機潤滑剤とを含む混合体を加圧成形することによって、成形体を形成する工程と、

前記成形体を 400℃以上の温度で熱処理する工程とを備える、圧粉磁心の製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 圧粉磁心、軟磁性材料および圧粉磁心の製造方法

【技術分野】

【０００１】

この発明は、一般的には、圧粉磁心、軟磁性材料および圧粉磁心の製造方法に関し、より特定のには、複数の軟磁性粒子が互いに接合されてなる圧粉磁心およびその製造方法、ならびにその作製に用いられる軟磁性材料に関する。

【背景技術】

【０００２】

従来、モーターコアやトランスコアなどの電気電子部品において高密度化および小型化が図られており、より精密な制御を小電力で行なえることが求められている。このため、これらの電気電子部品の作製に使用される圧粉磁心であって、特に中高周波領域において優れた磁気的特性を有する圧粉磁心の開発が進められている。このような圧粉磁心を作製する場合、たとえば、表面にリン酸塩被膜処理を施した鉄粉に、有機系潤滑剤を添加し、得られた混合粉末を加圧成形して成形体を形成する。その後、加圧成形時の歪み取りのため、得られた成形体に熱処理を実施する。

【０００３】

また別に、特表平６－５０７９２８号公報には、磁性部品に用いられる磁性粉末組成物およびその作成方法が開示されている（特許文献１）。特許文献１に開示された磁性粉末組成物は、熱可塑性樹脂材料によって被膜された鉄粒子と、その被膜された鉄粒子の重量に対して好ましくは０．０５％から０．４％の割合で混合された窒化硼素粉末とを含んでいる。

【特許文献１】 特表平６－５０７９２８号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００４】

上述のリン酸塩被膜処理された鉄粉に、多量の有機系潤滑剤を添加した場合、加圧成形時の摩擦によってリン酸塩被膜が破壊されることを防止できる。しかしこの場合、圧粉磁心に占める有機系潤滑剤の割合が大きすぎるために、得られた圧粉磁心のヒステリシス損が増大するという問題が生じる。一方、微量の有機系潤滑剤を添加すれば、ヒステリシス損の増大を抑えることはできるものの、加圧成形時にリン酸塩被膜が破壊され、圧粉磁心の渦電流損が増大する。

【０００５】

また、有機系潤滑剤は比較的、熱分解温度が低いため、成形体を高温で熱処理すると、有機系潤滑剤が熱分解し、鉄粉中へと拡散するおそれが生じる。この場合、得られる圧粉磁心の磁気的特性が劣化することとなる。さらに、有機系潤滑剤を構成する炭素（Ｃ）は、圧粉磁心内に残渣として残る。炭素は、電気抵抗率が非常に小さいため、鉄粉間を通電させ、圧粉磁心の粒子間渦電流損を増大させる原因となる。

【０００６】

また、作製された圧粉磁心が高温中で使用される場合、圧粉磁心に含まれる有機系潤滑剤が軟化あるいは溶解してしまうおそれがある。この場合、圧粉磁心の強度が著しく低下する。

【０００７】

また、特許文献１に開示された磁性粉末組成物は、有機系潤滑剤にかえて窒化硼素粉末を含む。しかし、特許文献１では、含まれる窒化硼素粉末の割合が大きすぎるために、全体に占める磁性体の割合が小さくなる。このため、磁性粉末組成物の磁束密度が小さくなったり、ヒステリシス損の増大を通じて鉄損が大きくなるという問題が生じる。

【０００８】

そこでこの発明の目的は、上記の課題を解決することであり、所望の磁気的特性を有する圧粉磁心、軟磁性材料および圧粉磁心の製造方法を提供することである。

## 【課題を解決するための手段】

### 【0009】

この発明に従った圧粉磁心は、互いに接合された複数の軟磁性粒子と、複数の軟磁性粒子に対して0を超え0.05質量%未満の割合で、複数の軟磁性粒子の各々の間に介在し、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤とを備える。無機潤滑剤とは、炭素(C)を含まない物質や炭素の同素体を主成分とする潤滑剤のことであり、炭素の同素体であるグラファイトを含む。

### 【0010】

このように構成された圧粉磁心によれば、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤は、層状構造によって形成されている。無機潤滑剤は、その層状構造の劈開(へきかい)により、0.05質量%未満という小さい割合にもかかわらず優れた潤滑性を示す。より詳細には、圧粉磁心を作製する際の加压成形時に、無機潤滑剤が軟磁性粒子間に介在すると、軟磁性粒子に接触する無機潤滑剤の最外表面の結晶層が剥がれ落ち、粒子間の摩擦を大幅に低減させる。これにより、加压成形時に軟磁性粒子同士が強く擦れ合うことを防止し、粒子内に大きな歪みが導入されることを抑制する。また、無機潤滑剤の割合は、0.05質量%未満と小さいため、圧粉磁心に占める非磁性層の割合が大きくなりすぎることがない。このため、無機潤滑剤を添加しない場合と比較して、同じ加压圧力で圧粉磁心を作製した場合に、高い密度が実現でき、その結果、高い磁束密度を有する圧粉磁心や高い強度を有する圧粉磁心を得ることができる。

### 【0011】

また無機潤滑剤は、有機系潤滑剤と比較して、一般的に高い熱分解温度を有し、耐熱性に優れている。このため、圧粉磁心を作製する際、高温での熱処理を実施したとしても、この熱処理によって無機潤滑剤が劣化したり軟化したりすることを防止できる。以上説明した理由から、本発明によれば、渦電流損およびヒステリシス損が十分に低減された、高い強度を有する圧粉磁心を得ることができる。

### 【0012】

また好ましくは、無機潤滑剤は、窒化ホウ素、二硫化モリブデンおよび二硫化タングステンからなる群より選ばれた少なくとも一種を含む。このように構成された圧粉磁心によれば、これらの材料を含む無機潤滑剤は、優れた潤滑性や耐熱性に加えて、優れた絶縁性を有する。より詳細には、圧粉磁心を作製する際の加压成形時に、無機潤滑剤の最外表面から剥がれ落ちた鱗片状の結晶層は、軟磁性粒子の表面に張り付いた状態となる。これにより、圧粉磁心となった場合の軟磁性粒子間の絶縁性を向上させることができる。また、これらの材料を含む無機潤滑剤は、炭素を含まない。このため、圧粉磁心内に存在する炭素に起因して、軟磁性粒子間の電気抵抗率が著しく小さくなるということがない。これらの理由から、圧粉磁心の渦電流損を大幅に低減させることができる。

### 【0013】

また好ましくは、複数の軟磁性粒子の各々は、金属磁性粒子と、金属磁性粒子の表面を取り囲む絶縁被膜とを含む。このように構成された圧粉磁心によれば、無機潤滑剤が有する潤滑性によって、圧粉磁心を作製する際の加压成形時に、絶縁被膜が破壊されることを防止できる。これにより、渦電流損の小さい圧粉磁心を得ることができる。

### 【0014】

また好ましくは、無機潤滑剤の割合が、複数の軟磁性粒子に対して0.0005質量%以上0.01質量%以下である。このように構成された圧粉磁心によれば、無機潤滑剤はこの範囲で特に優れた潤滑性を示すため、無機潤滑剤を設けたことによる上述の効果を顕著に得ることができる。

### 【0015】

また好ましくは、圧粉磁心は、複数の軟磁性粒子に対して0.001質量%以上0.1質量%以下の割合で、複数の軟磁性粒子の各々の間に介在する熱可塑性樹脂をさらに備える。このように構成された圧粉磁心によれば、無機潤滑剤に加えて熱可塑性樹脂を添加することにより、隣り合う軟磁性粒子を互いに強固に接合することができる。この熱可塑性

樹脂による接着効果によって、圧粉磁心の強度を向上させることができる。また、その接着効果によって、圧粉磁心を作製するため成形体を加工する際、軟磁性粒子が加工応力により加工面から剥がれ落ちることがない。このため、加工面の表面粗さの小さい、優れた切削加工性を得ることができる。また加えて、熱可塑性樹脂を添加することによって、軟磁性粒子間の絶縁性を向上させることができる。これにより、粒子間渦電流の発生を抑え、圧粉磁心の鉄損をさらに小さくすることができる。

#### 【0016】

この際、熱可塑性樹脂の割合を0.001質量%以上にするによって、上述の効果を十分に得ることができる。また、熱可塑性樹脂の割合を0.1質量%以下にするによって、圧粉磁心に占める非磁性層の割合が大きくなりすぎることがない。これにより、圧粉磁心の磁束密度が低下することを防止できる。

#### 【0017】

また好ましくは、圧粉磁心は、充填率が95%以上である。このように構成された圧粉磁心によれば、無機潤滑剤の使用により、潤滑剤の添加量の抑制と優れた潤滑性との両方を達成できるため、充填率のより高い圧粉磁心を作製することができる。これにより、圧粉磁心の強度を向上させるとともに、磁束密度の高い磁気的特性を得ることができる。

#### 【0018】

この発明に従った軟磁性材料は、上述のいずれかに記載の圧粉磁心の作製に用いられる軟磁性材料である。軟磁性材料は、複数の軟磁性粒子と無機潤滑剤とを含む混合体を備える。このように構成された軟磁性材料によれば、磁気的特性に優れた圧粉磁心を作製することができる。

#### 【0019】

この発明に従った圧粉磁心の製造方法は、上述のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法である。圧粉磁心の製造方法は、複数の軟磁性粒子と無機潤滑剤とを含む混合体を加圧成形することによって、成形体を形成する工程と、成形体を400℃以上の温度で熱処理する工程とを備える。

#### 【0020】

このように構成された圧粉磁心の製造方法によれば、無機潤滑剤は耐熱性に優れるため、400℃以上という高温で熱処理しても、無機潤滑剤の熱分解により軟磁性粒子の磁気的特性が劣化するということがない。また、高温で実施する熱処理により、軟磁性粒子の内部に存在する歪みを十分に低減させることができる。これによって、ヒステリシス損の小さい圧粉磁心を作製することができる。

#### 【発明の効果】

#### 【0021】

以上説明したように、この発明に従えば、所望の磁気的特性を有する圧粉磁心、軟磁性材料および圧粉磁心の製造方法を提供することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0022】

この発明の実施の形態について、図面を参照して説明する。

#### 【0023】

図1は、この発明の実施の形態における圧粉磁心の断面を示す模式図である。図1を参照して、圧粉磁心は、金属磁性粒子10と、金属磁性粒子10の表面を取り囲む絶縁被膜20とから構成された複数の軟磁性粒子30を備える。複数の軟磁性粒子30の間には、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤40が介在している。複数の軟磁性粒子30の各々は、無機潤滑剤40によって接合されていたり、軟磁性粒子30が有する凹凸の噛み合わせによって接合されている。

#### 【0024】

無機潤滑剤40は、六方晶系の結晶構造を有する、たとえば窒化ホウ素(BN)、二硫化モリブデン(MoS<sub>2</sub>)、二硫化タングステン(Ws<sub>2</sub>)またはグラファイトなどから形成されている。無機潤滑剤40は、複数の軟磁性粒子30に対して0を超え0.05質



量%未満の割合で、圧粉磁心に含まれている。また好ましくは、無機潤滑剤40は、複数の軟磁性粒子30に対して0.0005質量%以上0.01質量%以下の割合で、圧粉磁心に含まれている。さらに好ましくは、無機潤滑剤40は、複数の軟磁性粒子30に対して0.0005質量%以上0.001質量%以下の割合で、圧粉磁心に含まれている。

#### 【0025】

金属磁性粒子10は、たとえば、鉄(Fe)、鉄(Fe)－シリコン(Si)系合金、鉄(Fe)－窒素(N)系合金、鉄(Fe)－ニッケル(Ni)系合金、鉄(Fe)－炭素(C)系合金、鉄(Fe)－ホウ素(B)系合金、鉄(Fe)－コバルト(Co)系合金、鉄(Fe)－リン(P)系合金、鉄(Fe)－ニッケル(Ni)－コバルト(Co)系合金および鉄(Fe)－アルミニウム(Al)－シリコン(Si)系合金などから形成されている。金属磁性粒子10は、金属単体であっても合金であってもよい。

#### 【0026】

金属磁性粒子10の平均粒径は、100 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下であることが好ましい。金属磁性粒子10の平均粒径を100 $\mu$ m以上にすることによって、金属磁性粒子10の全体に占める、金属磁性粒子10の表面エネルギーによる応力歪みの影響を受ける領域の割合を小さくすることができる。この金属磁性粒子10の表面エネルギーによる応力歪みとは、金属磁性粒子10の表面に存在する歪みや欠陥に起因して発生する応力歪みのことであり、その存在は、磁壁の移動を妨げる原因となる。このため、金属磁性粒子10の全体に占めるこの応力歪みの割合を小さくすることによって、圧粉磁心のヒステリシス損を低減させることができる。

#### 【0027】

一方、金属磁性粒子10に高周波磁場を印加した場合、表皮効果によって、粒子の表面にのみ磁場が形成され、粒子内部に磁場が形成されない領域が生じる。この粒子内部に生じた磁場が形成されない領域は、金属磁性粒子10の鉄損を増大させる。そこで、金属磁性粒子10の平均粒径を300 $\mu$ m以下にすることによって、粒子内部で磁場が形成されない領域が生じることを抑制し、これにより圧粉磁心の鉄損を低減させることができる。

#### 【0028】

なお、ここで言う平均粒径とは、レーザー散乱回折法によって測定した粒径のヒストグラム中、粒径の小さいほうからの質量の和が総質量の50%に達する粒子の粒径、つまり50%粒径Dをいう。

#### 【0029】

絶縁被膜20は、たとえば、金属磁性粒子10をリン酸処理することによって形成されている。また好ましくは、絶縁被膜20は、酸化物を含有する。この酸化物を含有する絶縁被膜20としては、リンと鉄とを含むリン酸鉄の他、リン酸マンガン、リン酸亜鉛、リン酸カルシウム、リン酸アルミニウム、酸化シリコン、酸化チタン、酸化アルミニウムまたは酸化ジルコニウムなどの酸化物絶縁体を使用することができる。絶縁被膜20は、図中に示すように1層に形成されていても良いし、多層に形成されていても良い。

#### 【0030】

絶縁被膜20は、金属磁性粒子10間の絶縁層として機能する。金属磁性粒子10を絶縁被膜20で覆うことによって、圧粉磁心の電気抵抗率 $\rho$ を大きくすることができる。これにより、金属磁性粒子10間に渦電流が流れるのを抑制して、渦電流に起因する鉄損を低減させることができる。

#### 【0031】

絶縁被膜20の平均厚みは、5nm以上100nm以下とすることが好ましい。ここで言う平均厚みとは、組成分析(TEM-EDX: transmission electron microscope energy dispersive X-ray spectroscopy)によって得られる膜組成と、誘導結合プラズマ質量分析(ICP-MS: inductively coupled plasma-mass spectrometry)によって得られる元素量とを鑑みて相当厚さを導出し、さらに、TEM写真により直接、被膜を観察し、先に導出された相当厚さのオーダーが適正な値であることを確認して決定されるものをいう。

### 【0032】

絶縁被膜20の平均厚みを5nm以上とすることで、被膜中を流れるトンネル電流を抑制し、このトンネル電流に起因する渦電流損の増大を抑えることができる。また、絶縁被膜20の平均厚みを100nm以下とした場合、金属磁性粒子10間の距離が大きくなりすぎるといことがない。これにより、金属磁性粒子10間に反磁界が発生することを防止し、反磁界の発生に起因したヒステリシス損の増大を抑制できる。また、圧粉磁心に占める非磁性層の体積比率を抑えることによって、圧粉磁心の磁束密度が低下することを抑制できる。

### 【0033】

無機潤滑剤40に加えて、複数の軟磁性粒子30間に熱可塑性樹脂が介在していても良い。この場合、熱可塑性樹脂は、複数の軟磁性粒子30に対して0.001質量%以上0.1質量%以下の割合で、圧粉磁心に含まれている。熱可塑性樹脂は、複数の軟磁性粒子30間を強固に接合し、圧粉磁心の強度を向上させる。このような熱可塑性樹脂としては、たとえば、熱可塑性ポリイミド、熱可塑性ポリアミド、熱可塑性ポリアミドイミド、高分子量ポリエチレン、ポリフェニレンサルファイド、ポリアミドイミド、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミドまたはポリエーテルエーテルケトンなどを用いることができる。なお、高分子量ポリエチレンとは、分子量が10万以上のポリエチレンをいう。

### 【0034】

この発明の実施の形態における圧粉磁心は、互いに接合された複数の軟磁性粒子30と、複数の軟磁性粒子30に対して0を超え0.05質量%未満の割合で、複数の軟磁性粒子30の各々の間に介在し、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤40とを備える。

### 【0035】

続いて、図1中に示す圧粉磁心を製造する方法について説明を行なう。まず、水アトマイズ法やガスアトマイズ法などを用いて作製した金属磁性粒子10を準備する。次に、金属磁性粒子10に所定の被膜処理を実施し、金属磁性粒子10が絶縁被膜20によって覆われた軟磁性粒子30を形成する。

### 【0036】

次に、得られた軟磁性粒子30に無機潤滑剤40を所定の割合で添加し、V型混合機を用いてこれらを混合することによって、混合粉末を得る。この際、無機潤滑剤40と同時に、熱可塑性樹脂を所定の割合で添加しても良い。なお、混合方法に特に制限はなく、たとえばメカニカルアロイング法、振動ボールミル、遊星ボールミル、メカノフュージョン、共沈法、化学気相蒸着法(CVD法)、物理気相蒸着法(PVD法)、めっき法、スパッタリング法、蒸着法またはゾルーゲル法などのいずれを使用することも可能である。

### 【0037】

次に、得られた混合粉末を金型に入れ、たとえば、700MPaから1500MPaまでの圧力で加圧成形する。これにより、混合粉末が圧縮されて成形体を得られる。加圧成形する雰囲気は、不活性ガス雰囲気または減圧雰囲気とすることが好ましい。この場合、大気中の酸素によって混合粉末が酸化されるのを抑制できる。

### 【0038】

この加圧成形時、無機潤滑剤40は、隣り合う軟磁性粒子30間に介在することによって、軟磁性粒子30同士が強く擦れ合うことを防止する。この際、無機潤滑剤40は優れた潤滑性を示すため、微量しか含まれていないにもかかわらず、軟磁性粒子30の外表面に設けられた絶縁被膜20が破壊されるということがない。これにより、絶縁被膜20が金属磁性粒子10の表面を覆う形態を維持することができ、絶縁被膜20を金属磁性粒子10間の絶縁層として確実に機能させることができる。

### 【0039】

次に、加圧成形によって得られた成形体に、400℃以上絶縁被膜20の熱分解温度未満の温度で熱処理を行なう。これにより、成形体の内部に存在する歪みや転位を取り除く。この際、無機潤滑剤40は優れた耐熱性を示すため、400℃以上という高温で熱処理しているにもかかわらず、無機潤滑剤40が熱分解されることがない。これにより、無機

潤滑剤 40 が金属磁性粒子 10 内に拡散することを防止し、金属磁性粒子 10 の磁気的特性が低下することを抑制できる。また、熱処理は、絶縁被膜 20 の熱分解温度未満の温度で実施されているため、この熱処理によって絶縁被膜 20 が劣化することを防止できる。

#### 【0040】

熱処理後、成形体に押出し加工や切削加工など適当な加工を施すことによって、図 1 中に示す圧粉磁心が完成する。

#### 【0041】

以上の工程により作製された図 1 中に示す圧粉磁心は、好ましくは、95%以上の充填率を有する。圧粉磁心の充填率は、絶縁被膜 20 や無機潤滑剤 40、軟磁性粒子 30 間の空孔を含んで測定された圧粉磁心の実測密度を、金属磁性粒子 10 の理論密度で割った値で求められる。金属磁性粒子 10 の理論密度には、絶縁被膜 20 および無機潤滑剤 40 が考慮されていないが、これらの全体に占める割合は非常に小さいため、上述の方法により実際の充填率に近似する値を得ることができる。また、金属磁性粒子 10 が合金からなる場合は、たとえば金属磁性粒子 10 が鉄-コバルト合金から形成されている場合を想定すると、金属磁性粒子 10 の理論密度は、 $(\text{鉄の理論密度} \times \text{金属磁性粒子 10 に占める鉄の体積率}) + (\text{コバルトの理論密度} \times \text{金属磁性粒子 10 に占めるコバルトの体積率})$ によって求めることができる。

#### 【0042】

このように構成された圧粉磁心およびその製造方法によれば、潤滑性に優れた無機潤滑剤 40 を用いることによって、添加量が微少であっても、絶縁被膜 20 を破壊させることなく加圧成形を実施することができる。これにより、適切に保護された絶縁被膜 20 によって圧粉磁心の渦電流損を低減させることができる。また、無機潤滑剤 40 の含有量を低く抑えるとともに、充填率を高くして圧粉磁心を作製することができるため、圧粉磁心のヒステリシス損を低減させることができる。結果、渦電流損およびヒステリシス損の低減を通じて、圧粉磁心の鉄損を小さくすることができる。

#### 【実施例】

#### 【0043】

以下に説明する実施例によって、本発明における圧粉磁心とその製造方法との評価を行った。

#### 【0044】

##### （実施例 1）

まず、V型混合機を用いて、軟磁性粒子 30 としてのヘガネス社製の鉄粉（商品名「Solomoloy 500」：金属磁性粒子 10 としての鉄粒子の表面に、絶縁被膜 20 としてのリン酸塩被膜が形成、平均粒径  $100 \mu\text{m}$ ）と、無機潤滑剤 40 としての水島合金鉄株式会社製の六方晶系窒化ホウ素（h-BN）（平均粒径  $2 \mu\text{m}$ ）とを 2 時間、混合して、500 g の混合粉末を得た。この際、無機潤滑剤 40 を混合する量を変化させることで、無機潤滑剤 40 の添加量が異なる複数種の混合粉末を得た。また、比較のため、無機潤滑剤 40 を全く添加しない軟磁性粒子 30 も準備した。

#### 【0045】

本実施例では、無機潤滑剤 40 が有する潤滑性を評価するため、その混合粉末に対して、「JIS Z 2504」に規定された見掛け密度の測定と、「JIS Z 2502」に規定された流動度の測定とを実施した。充填密度とも呼ばれる見掛け密度は、一定容積のシリンダ状容器に一定の方法で自由に落下充填させた場合の重量と体積とから求められ、この値が大きいほど無機潤滑剤 40 の潤滑性が良好に作用していると判断できる。また、流動度は、流動率、流動速度とも呼ばれ、粉末の流れやすさを示す。流動度は、一定重量（50 g）の混合粉末が一定寸法（ $\phi 4.0 \text{ mm}$ ）を有するオリフィスから流れ出すのに要する時間で表され、この値が小さいほど無機潤滑剤 40 の潤滑性が良好に作用していると判断できる。

#### 【0046】

図 2 は、この発明の実施例 1 において、無機潤滑剤の添加量と見掛け密度との関係を示

すグラフである。図3は、この発明の実施例1において、無機潤滑剤の添加量と流動度との関係を示すグラフである。測定によって得られた混合粉末の見掛け密度および流動度の値を表1に示すとともに、その値をそれぞれ図2および図3中にプロットして示した。

【0047】

【表1】

無機潤滑剤の添加量(質量%)		0	0.0005	0.0010	0.0050	0.0100	0.0250	0.1000
見掛け密度 (g/cm <sup>3</sup> )	Somalogy500	3.07	3.58	3.70	3.04	3.06	3.07	2.88
流動度(sec)	Somalogy500	8.62	6.40	6.17	8.60	8.51	8.62	8.47

【0048】

図2を参照して、無機潤滑剤40の添加量がより少ない0.001質量%付近で、最も高い値の見掛け密度が得られた。図3を参照して、同様に、無機潤滑剤40の添加量が0.001質量%付近で、もっと低い値の流動度が得られた。このことから、無機潤滑剤40の添加量が少ない場合であっても、無機潤滑剤40が軟磁性粒子30の粒子間で潤滑剤として十分に機能することを確認できた。

【0049】

(実施例2)

実施例1で準備した混合粉末を面圧10ton/cm<sup>2</sup>で加圧成形して、リング状の成形体(外径34mm×内径20mm×高さ5mm)を作製した。得られた成形体にコイル(1次巻き数が300回、2次巻き数が20回)を設けて、磁場を印加し、BHカーブトレサにより鉄損(励起磁束密度1(T:テスラ)、測定周波数1kHz)を測定した。

【0050】

次に、窒素雰囲気中において、温度400℃で1時間、成形体に熱処理を行なった。上述と同様の方法により、熱処理後の成形体の鉄損を測定するとともに、成形体の磁束密度B100(100(Oe:エルステッド)の磁場を印加した場合の磁束密度)を測定した。また併せて、成形体の密度も測定した。

【0051】

図4および図5は、この発明の実施例2において、無機潤滑剤の添加量と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。以上の測定により得られた各値を表2に示すとともに、その値を図4および図5中にプロットして示した。なお、図5では、無機潤滑剤40の添加量を示す横軸が、対数目盛りで表されている。

【0052】

【表2】

無機潤滑剤の 添加量(質量%)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	磁束密度 B100(T)	鉄損(w/kg)	
			熱処理前	熱処理後
0.0000	7.6	1.562	252.7	772.6
0.0005	7.63	1.568	160.8	136.2
0.0010	7.65	1.576	156.2	133.7
0.0050	7.61	1.559	161.2	135.2
0.0100	7.63	1.565	163.3	137.2
0.0250	7.61	1.563	167.7	147.2
0.0500	7.59	1.551	182.2	164.7
0.1000	7.55	1.512	184.1	167.4

# 【0053】

表2、図4および図5を参照して、熱処理前の成形体において、0を超え0.05質量%未満の割合で無機潤滑剤40を含む場合に、無機潤滑剤40を添加しなかった場合や0.05質量%以上の割合で無機潤滑剤40を含む場合と比較して、低い鉄損値を得ることができた。さらに400℃の温度で熱処理することによって、この鉄損値をさらに低減させることができた。また、0を超え0.05質量%未満の割合で無機潤滑剤40を含む場合、他の場合と比較して、密度および磁束密度とも高い値を得ることができた。

# 【0054】

## (実施例3)

本実施例では、実施例1で準備した、無機潤滑剤40の添加量を0.001質量%とした混合粉末に、熱可塑性樹脂としてのポリフェニレンサルファイド(PPS)がさらに混合された混合粉末を準備した。この際、熱可塑性樹脂を混合する量を0.001質量%から0.15質量%の範囲で変化させることで、熱可塑性樹脂の添加量が異なる複数種の混合粉末を得た。また、比較のため、熱可塑性樹脂を全く添加しない、無機潤滑剤40の添加量を0.001質量%とした軟磁性粒子30も準備した。

# 【0055】

この混合粉末を用いて、実施例2と同様にリング状の成形体を作製し、さらに得られた成形体に、異なる温度条件で熱処理を行なった。熱処理温度は、200℃および400℃とした。実施例2と同様に、熱処理前の成形体と、それぞれの温度で熱処理された成形体とに対して、磁気的特性の測定を行なった。また、400℃の温度で熱処理された成形体に対して、密度の測定を行なった。

# 【0056】

図6は、この発明の実施例3において、熱可塑性樹脂の添加量と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。以上の測定により得られた各値を表3に示すとともに、その値を図6中にプロットして示した。

# 【0057】

【表3】

無機潤滑剤 の添加量 (質量%)	熱可塑性 樹脂 (質量%)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	磁束密度 B100(T)	鉄損(w/kg)		
				熱処理前	200℃ 熱処理後	400℃ 熱処理後
0.0010	0.000	7.65	1.576	156.2	145.8	133.7
0.0010	0.001	7.66	1.571	153.4	144.1	125.6
0.0010	0.050	7.56	1.532	152.7	143.4	122.9
0.0010	0.100	7.51	1.517	162.3	148.4	130.7
0.0010	0.150	7.44	1.471	174.7	164.2	143.2

# 【0058】

表3および図6を参照して、400℃の熱処理を実施した場合、0.001質量%以上0.1質量%以下の割合で熱可塑性樹脂を含む成形体では、熱可塑性樹脂を含まない成形体よりも鉄損値を低減させることができた。一方、0.1質量%を超えて熱可塑性樹脂を含む場合には、鉄損値が逆に増大した。このことから、適当な割合で熱可塑性樹脂を加えることによって、磁気的特性のさらなる向上が得られることを確認できた。

# 【0059】

## (実施例4)

本実施例では、実施例1で準備した、無機潤滑剤40の添加量を0.001質量%とした混合粉末を加圧成形して、実施例2と同様のリング状の成形体を作製した。この際、加圧圧力を変化させ、加圧成形時の条件が異なる複数種の成形体を作製した。その後、さら

に 4 0 0 ℃ の温度で 1 時間の熱処理を成形体に行なった。実施例 2 と同様に、熱処理前および熱処理後の成形体に対して、磁気的特性の測定を行なった。また、熱処理後の成形体に対して密度の測定を行ない、さらに、実施の形態に記載の方法に従って成形体の充填率を算出した。

【 0 0 6 0 】

図 7 は、この発明の実施例 4 において、成形体の充填率と鉄損との関係を示すグラフである。以上の測定により得られた各値を表 4 に示すとともに、その値を図 7 中にプロットして示した。

【 0 0 6 1 】

【表 4】

加圧圧力 (ton/cm <sup>2</sup> )	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	充填率 (%)	磁束密度 B100 (T)	鉄損 (w/kg)	
				熱処理前	熱処理後
8	7.32	93.1	1.389	189.1	155.5
9	7.43	94.5	1.483	184.2	151.2
10	7.57	96.3	1.529	158.4	136.1
11	7.65	97.3	1.576	156.2	133.7
12	7.69	97.8	1.603	154.1	134.4

【 0 0 6 2 】

表 4 および図 7 を参照して、加圧成形時の圧力を 1 0 t o n / c m <sup>2</sup> 以上によって、充填率が 9 5 % 以上の成形体を得ることができた。このとき、成形体の鉄損を大幅に低減させることができた。

【 0 0 6 3 】

(実施例 5)

本実施例では、まず、実施例 1 で用いたヘガネス社製の鉄粉に対して、潤滑剤としてナイロン系樹脂を所定の割合で添加した混合粉末と、潤滑剤として実施例 1 で用いた六方晶系窒化ホウ素を所定の割合で添加した混合粉末と、潤滑剤としての実施例 1 で用いた六方晶系窒化ホウ素および熱可塑性樹脂としてのポリフェニレンサルファイド ( P P S ) をそれぞれ所定の割合で添加した混合粉末とを準備した。

【 0 0 6 4 】

これらの混合粉末を用いて、実施例 2 と同様にリング状の成形体を作製し、さらに得られた成形体に、異なる温度条件で熱処理を行なった。熱処理温度は、2 0 0 ℃、3 0 0 ℃および 4 0 0 ℃とした。実施例 2 と同様に、熱処理前の成形体と、それぞれの温度で熱処理された成形体とに対して、磁気的特性の測定を行なった。また、4 0 0 ℃の温度で熱処理された成形体に対して密度の測定を行なった。

【 0 0 6 5 】

図 8 は、この発明の実施例 5 において、熱処理温度と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。以上の測定により得られた各値を表 5 に示すとともに、その値を図 8 中にプロットして示した。

【 0 0 6 6 】

【表 5】

潤滑剤	熱可塑性樹脂	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	磁束密度 B100(T)	鉄損 (w/kg)			
				熱処理前	200℃熱処理後	300℃熱処理後	400℃熱処理後
ナイロン系樹脂 (0.1 質量%)	0	7.49	1.510	161.1	153.7	154.9	201.5
窒化ホウ素 (0.0010 質量%)	0	7.65	1.576	156.2	145.8	141.7	133.7
窒化ホウ素 (0.0010 質量%)	ポリフェニレンサルファイド (PPS) (0.05 質量%)	7.56	1.532	152.7	143.4	137.9	122.9

## 【0067】

表5および図8を参照して、六方晶系窒化ホウ素を添加した混合粉末を用いた場合、熱処理温度を上昇させることで鉄損値を低減させることができた。一方、ナイロン系樹脂を添加した混合粉末を用いた場合、熱処理温度を400℃まで上昇させると、鉄損値が増加した。耐熱性に劣るナイロン系樹脂が、熱処理時に熱分解したためと考えられる。

## 【0068】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものでは

ないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 9 】

【図 1】 この発明の実施の形態における圧粉磁心の断面を示す模式図である。

【図 2】 この発明の実施例 1 において、無機潤滑剤の添加量と見掛け密度との関係を示すグラフである。

【図 3】 この発明の実施例 1 において、無機潤滑剤の添加量と流動度との関係を示すグラフである。

【図 4】 この発明の実施例 2 において、無機潤滑剤の添加量と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。

【図 5】 この発明の実施例 2 において、無機潤滑剤の添加量と成形体の鉄損との関係を示す別のグラフである。

【図 6】 この発明の実施例 3 において、熱可塑性樹脂の添加量と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。

【図 7】 この発明の実施例 4 において、成形体の充填率と鉄損との関係を示すグラフである。

【図 8】 この発明の実施例 5 において、熱処理温度と成形体の鉄損との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

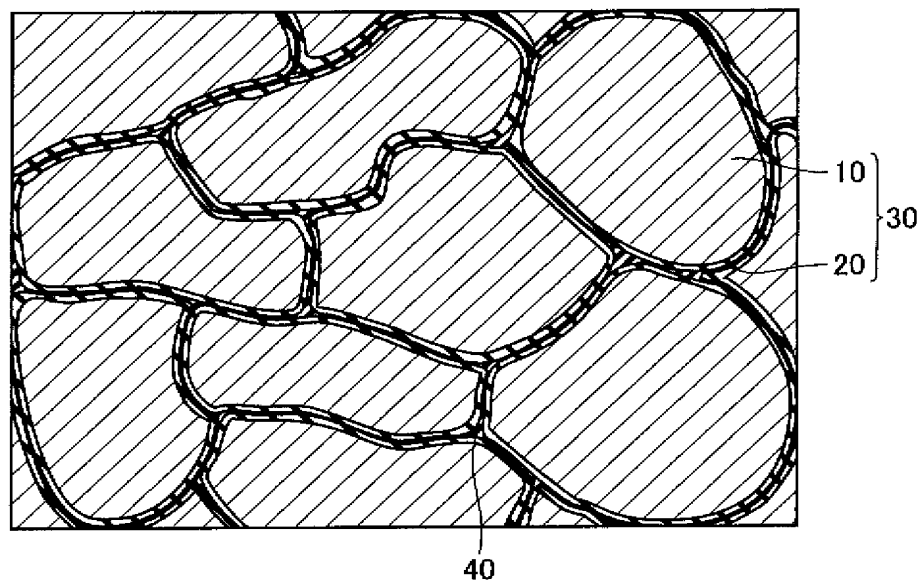
【 0 0 7 0 】

1 0 金属磁性粒子、 2 0 絶縁被膜、 3 0 軟磁性粒子、 4 0 無機潤滑剤。

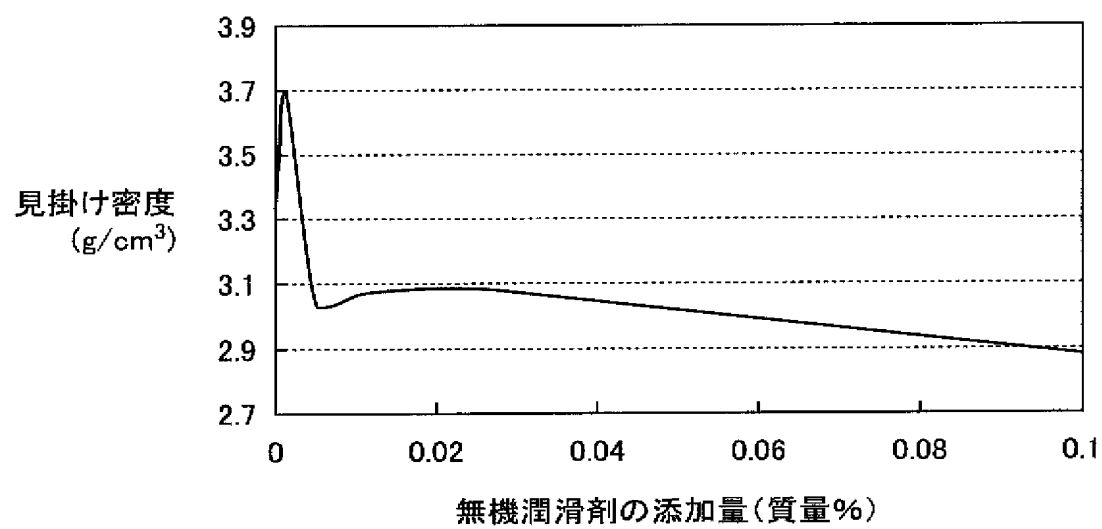


【書類名】 図面

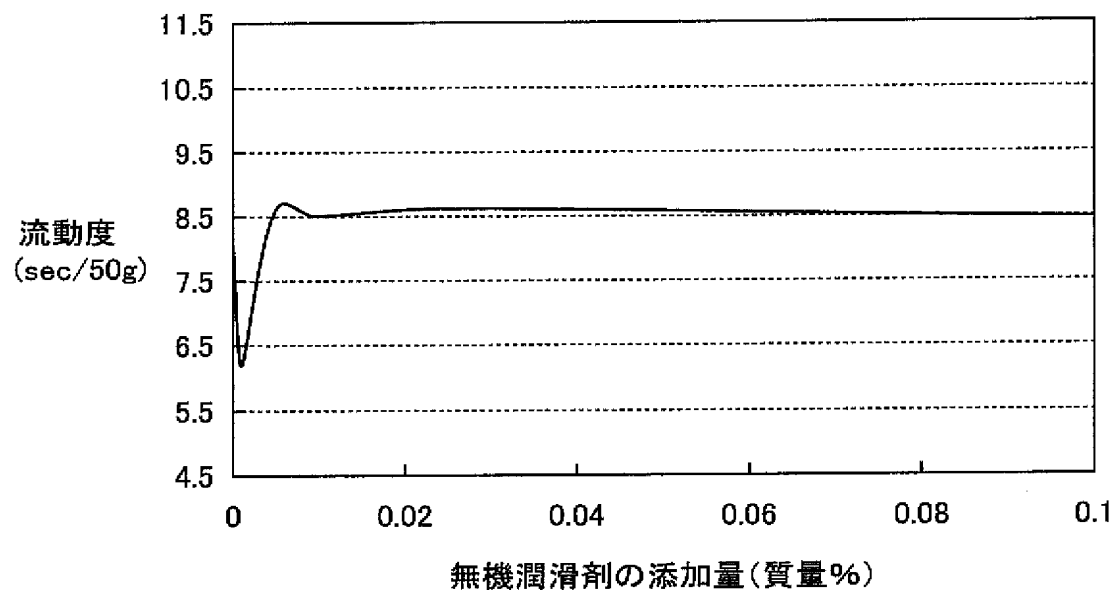
【図 1】



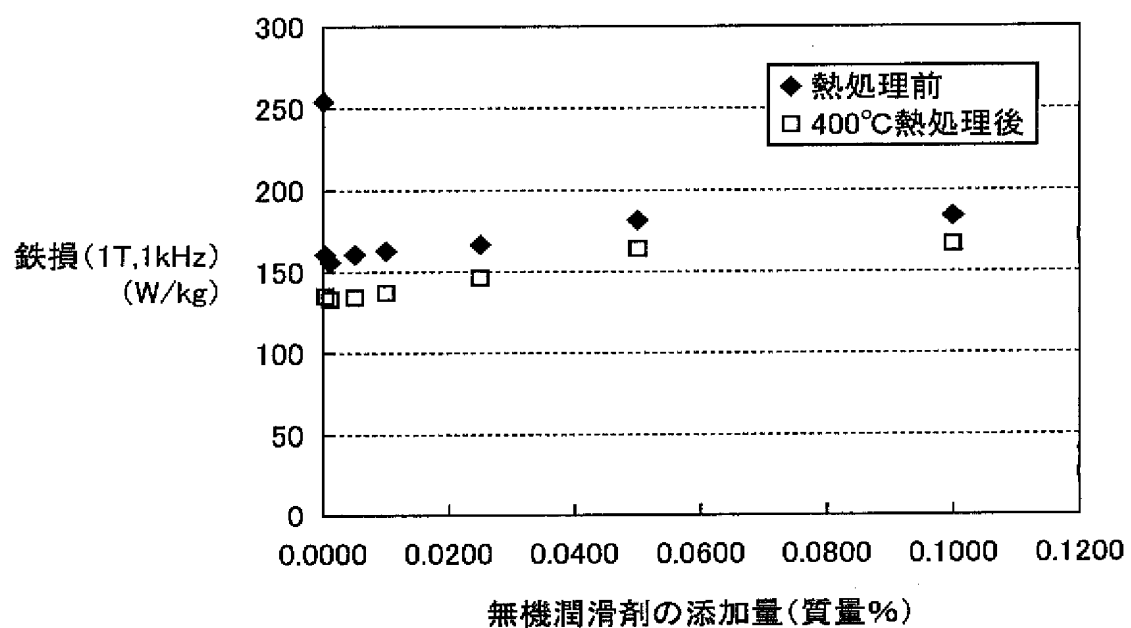
【図 2】



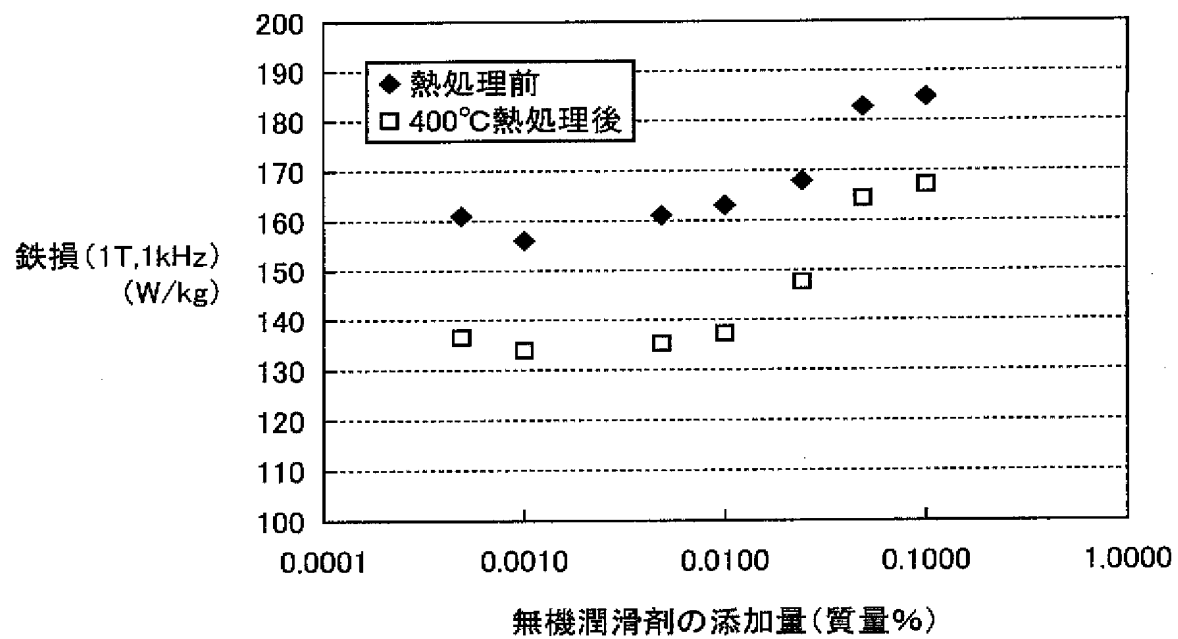
【図 3】

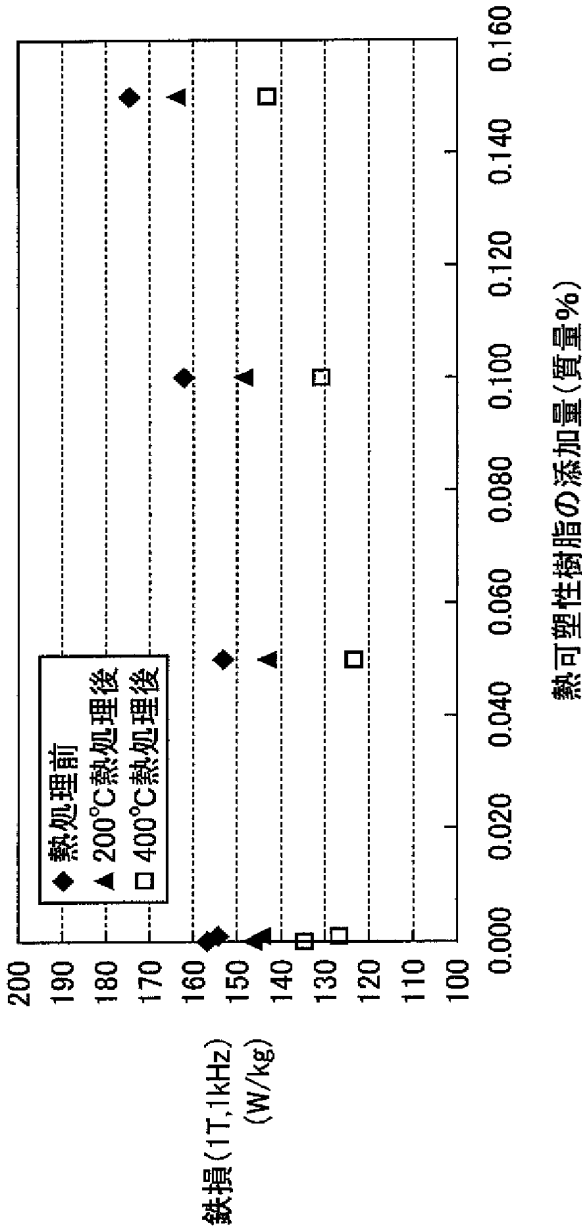


【図 4】

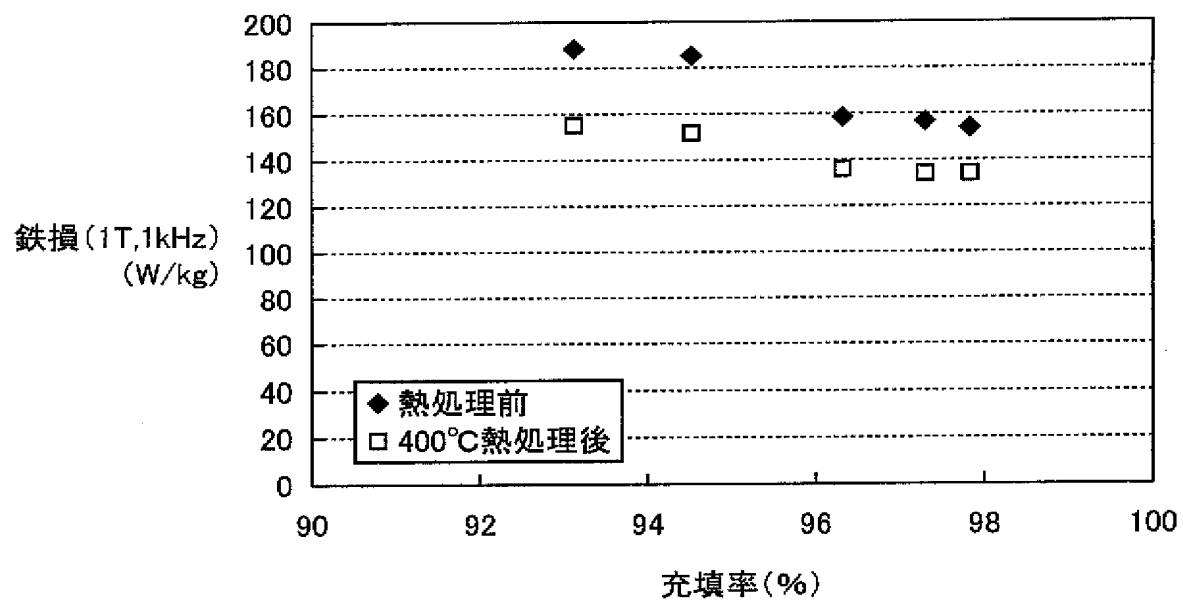


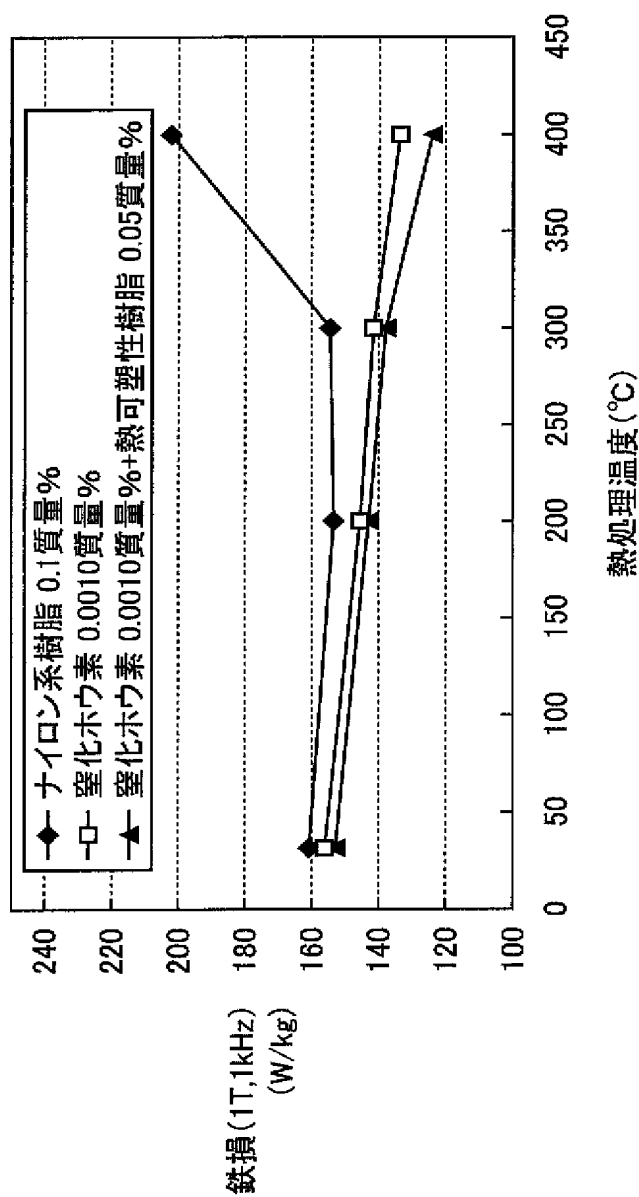
【 図 5 】





【図 7】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 所望の磁気的特性を有する圧粉磁心、軟磁性材料および圧粉磁心の製造方法を提供する。

【解決手段】 圧粉磁心は、互いに接合された複数の軟磁性粒子 3 0 と、複数の軟磁性粒子 3 0 に対して 0 を超え 0 . 0 5 質量 % 未満の割合で、複数の軟磁性粒子 3 0 の各々の間に介在し、六方晶系の結晶構造を有する無機潤滑剤 4 0 とを備える。

【選択図】 図 1

## 出願人履歴

0 0 0 0 0 2 1 3 0

19900829

新規登録

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

住友電気工業株式会社